

## X RAY FILTER AND X-RAY MICROSCOPE

Publication number: JP9304598

Publication date: 1997-11-28

Inventor: FUJISAKI HISAO

Applicant: NIPPON KOGAKU KK

Classification:

- international: G21K3/00; G21K7/00; G21K3/00; G21K7/00; (IPC1-7):  
G21K3/00; G21K7/00

- European:

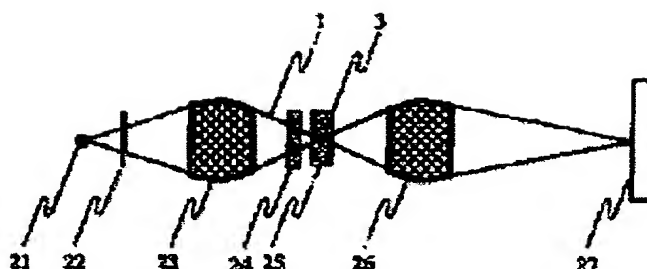
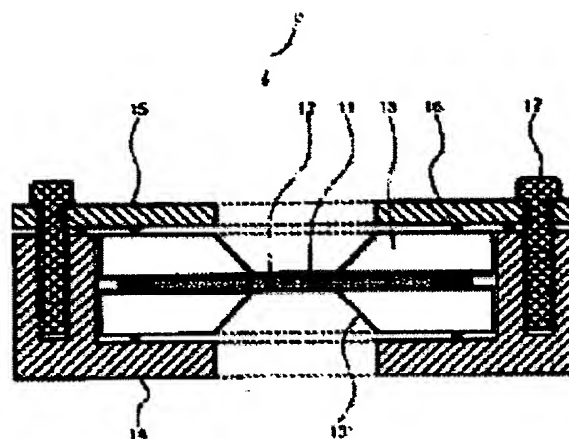
Application number: JP19960114780 19960509

Priority number(s): JP19960114780 19960509

Report a data error here

### Abstract of JP9304598

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To sufficiently remove X rays adjacent to a 'water window' wavelength range, especially on the side of long wavelengths, and make it possible to solve problems about the deterioration of contrast and the metamorphosis of a sample by filling an X-ray transmission window with water to seal it. **SOLUTION:** The X-ray filter has members 13 and 13' equipped with an X-ray transmission window 12 such as a silicon nitride thin film and a spacer held between the members. The space between the spacer and the members is filled with water 11, which is sealed by a container 14, a lid 15, an O ring 16 and a screw 17. The X-ray microscope in this invention, which is equipped with a filter 24 in this invention that is constituted as mentioned above and Walter mirrors (or oblique-incidence mirrors) 23 and 26, irradiates a sample such as a living organism in a sample container 25 with X rays of a prescribed wavelength range, and an X-ray detection system 27 picks up images. The filter 24 can sufficiently remove X rays adjacent to a 'water window' wavelength range, especially on the side of long wavelengths, which deteriorates contrast and oxidizes and metamorphoses the sample by evolving free-radical oxygen.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

1/3

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-304598

(43) 公開日 平成9年(1997)11月28日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 2 1 K 3/00			G 2 1 K 3/00	Z
7/00			7/00	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-114780

(22) 出願日 平成8年(1996)5月9日

(71) 出願人 000004112

株式会社ニコン

東京都千代田区丸の内3丁目2番3号

(72) 発明者 藤崎 久雄

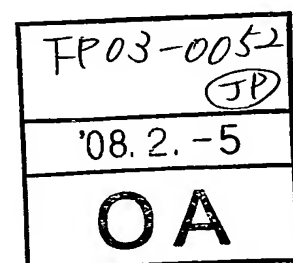
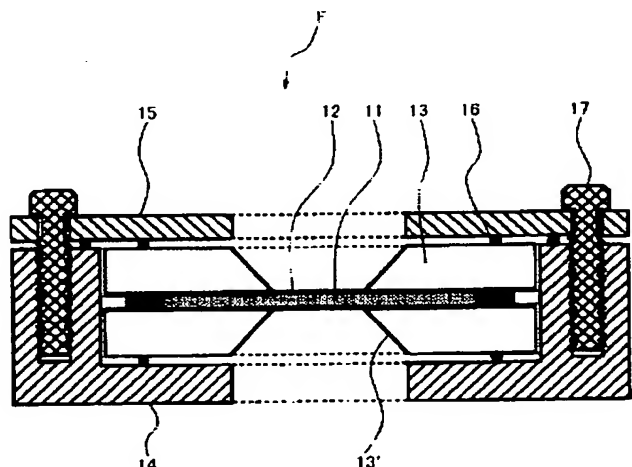
東京都千代田区丸の内3丁目2番3号 株式会社ニコン内

(54) 【発明の名称】 X線用フィルタ及びX線顕微鏡

(57) 【要約】

【課題】 「水の窓」波長領域近傍のX線、特に長波長側のX線を十分に除去することができるX線フィルタと、該X線フィルタ及びウオルタ鏡を備えたX線顕微鏡を提供すること。

【解決手段】 少なくとも、X線透過窓12を備えた複数の部材13、13'と、該部材間に挟持されるスペーサSと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水11と、該水を封止する部材14、15、16と、を有するX線用フィルタ。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 複数のX線透過窓を備え、該複数のX線透過窓間に水が充填されてなるX線用フィルタ。

【請求項2】 少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、を有するX線用フィルタ。

【請求項3】 少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、該水を封止する部材と、を有するX線用フィルタ。 10

【請求項4】 少なくとも、X線源と、X線源からの不要な可視光、紫外光、長波長X線及び短波長X線を除去するためのフィルタと、該フィルタを透過したX線を試料に照射するための照明光学系と、試料を保持する試料容器と、試料を透過したX線を所定位置に結像させる結像光学系と、該所定位置に配置されてなるX線検出系と、を有するX線顕微鏡において、前記光学系の光学素子としてウォルタ鏡または斜入射鏡が使用され、かつ、前記X線源と前記試料の間に、複数のX線透過窓を備え、該複数のX線透過窓間に水が充填されてなるX線用フィルタが配置されていることを特徴とするX線顕微鏡。 20

【請求項5】 前記X線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、を有することを特徴とする請求項4記載のX線顕微鏡。

【請求項6】 前記X線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、該水を封止する部材と、を有することを特徴とする請求項4記載のX線顕微鏡。 30

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、X線用フィルタと、X線用フィルタ及びウォルタ鏡（または斜入射鏡）を備えたX線顕微鏡に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年の生物学技術の発展は、光学顕微鏡や電子顕微鏡などの観察手段に負うところが大きい。ところが、光学顕微鏡は、液体中の生きた生体試料を観察できるものの、可視光の波長に空間分解能が制限され、また電子顕微鏡は、空間分解能は高いが真空中に試料容器を配置する必要性があり、しかも、試料容器を構成する窓材として電子線が透過するものが存在しないため、試料容器（非真空雰囲気）内に收容された生きたままの生体試料を観察できなかった。

【0003】そこで、生きたままの生体試料が高分解能で観察できる可能性のあるX線顕微鏡が注目され、その 50

開発がなされてきている。そして、微細精密工学の発展によりX線顕微鏡用のX線光学素子の性能が向上し、X線顕微鏡の試験機が作られるまでになっている。X線顕微鏡においては、試料容器内に收容された、生体試料と周囲の水とのX線吸収の差によるコントラストが最も良好に得られる「水の窓」と呼ばれる波長領域（2.33～4.37nm）のX線が利用されている。

【0004】ここで、2.33nmは水の重量比主成分である酸素の吸収端であり、4.37nmはほとんどの生体物質の重量比主成分である炭素の吸収端である。図3に示すように、「水の窓」波長領域（2.33～4.37nm）では、水によるX線の吸収が小さく、生体物質による吸収が大きいために、水に対する生体試料の良いコントラストが得られる。

【0005】X線顕微鏡のX線源としては、従来の電子衝撃式に代わって、レーザープラズマX線源やZピンチプラズマX線源などが開発され、実験室サイズの高輝度X線源が使用できるようになっている。なお、実質的なX線源となるプラズマ自体の大きさは100μmφ程度である。一般に、X線顕微鏡用の照明光学系素子及び結像光学系素子としてゾーンプレートが用いられている。ゾーンプレートは、それ自体が分光機能を有するので、

「水の窓」領域のX線を試料観察に用いる場合に、照明光学系素子への入射X線のスペクトルに関して特に注意を払う必要がない。

【0006】ところが、ゾーンプレートは、開口数が小さく、また分光機能を有するので、入射X線の利用効率が悪くない。そのため、研究が進むにつれて、ゾーンプレートを光学素子に用いたX線顕微鏡では、生体試料の撮像に時間を要する、しかもその間に動く試料の場合には像がぼけて鮮明な撮像ができない、という問題点の存在が明らかになってきた。

【0007】そこで、開口数が大きく、また反射に波長依存性がほとんどないため、入射X線の利用効率が高く、短時間での撮像が可能なウォルタ鏡（または斜入射鏡）が注目されている。図6は、ウォルタ鏡63、66を光学素子として用いた従来のX線顕微鏡（一例）の概略構成図である。

【0008】このX線顕微鏡は、プラズマX線源61、チタン箔フィルタ62、集光（照明）用ウォルタ鏡63、試料容器65、対物（結像）用ウォルタ鏡66、および撮像器67から構成される。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】プラズマX線源61から放射され、チタン箔フィルタ62を透過してウォルタ鏡63により集光されるX線1のスペクトルS1と、試料容器65中の試料に入射するX線2のスペクトルS2を図4に示す。試料容器65中の試料に入射するX線2は、試料容器65のX線透過窓（0.05μm厚の窒化珪素膜）を通過するため、そのスペクトルS2は強度が全体

的に減少し、波長3.1 nm（窒素の吸収端）以下の領域で顕著に強度が減少する。

【0010】図3は、波長4.37 nm以上のX線が水に対する生体試料のコントラストに寄与しないばかりか、コントラストを低下させてしまうことを示している。そして、図4のスペクトルS2より、かかる不都合な波長4.37 nm以上のX線成分が前記X線（試料容器65中の試料に入射するX線）2から、十分に除去されていないことがわかる。

【0011】即ち、従来のフィルター（チタン箔フィルター等）とウォルタ鏡を用いたX線顕微鏡では、X線源からの不要な可視光、紫外光、及び「水の窓」波長領域から外れた領域のX線は、従来のフィルター（チタン箔フィルター等）により除去できるが、「水の窓」波長領域近傍の、特に長波長側近傍のX線を十分に除去することができない。

【0012】波長2.33 nm以上の領域において、水のX線吸収は生体試料と比べて小さいが波長の増加とともに水のX線吸収が徐々に大きくなり、「水の窓」波長領域（2.33～4.37 nm）を越えた辺りからはX線吸収が無視できなくなる（図3参照）。そして、波長4.37 nm以上のX線成分を十分に除去することができずに、その結果、水のX線吸収が無視できない程度になると、水に対する生体試料のコントラストが低下するという問題点と、水のX線吸収により遊離基酸素が発生して、この遊離基酸素が生体物質の酸化等を引き起こし、試料を変性させてしまうという問題点が生じる。

【0013】本発明は、かかる問題点に鑑みてなされたものであり、「水の窓」波長領域近傍のX線、特に長波長側近傍のX線を十分に除去することができるX線フィルターと、該X線フィルター及びウォルタ鏡を備えたX線顕微鏡を提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】そのため、本発明は第一に「複数のX線透過窓を備え、該複数のX線透過窓間に水が充填されてなるX線用フィルタ（請求項1）」を提供する。また、本発明は第二に「少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、を有するX線用フィルタ（請求項2）」を提供する。

【0015】また、本発明は第三に「少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、該水を封止する部材と、を有するX線用フィルタ（請求項3）」を提供する。また、本発明は第四に「少なくとも、X線源と、X線源からの不要な可視光、紫外光、長波長X線及び短波長X線を除去するためのフィルタと、該フィルタを透過したX線を試料に照射するための照明光学系と、試料を保持する試料容器と、試料を透過したX線を所定位置に結像させる結像光学系と、該所

定位置に配置されてなるX線検出系と、を有するX線顕微鏡において、前記光学系の光学素子としてウォルタ鏡または斜入射鏡が使用され、かつ前記X線源と前記試料の間に、複数のX線透過窓を備え、該複数のX線透過窓間に水が充填されてなるX線用フィルタが配置されていることを特徴とするX線顕微鏡（請求項4）」を提供する。

【0016】また、本発明は第五に「前記X線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、を有することを特徴とする請求項4記載のX線顕微鏡（請求項5）」を提供する。また、本発明は第六に「前記X線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、該水を封止する部材と、を有することを特徴とする請求項4記載のX線顕微鏡（請求項6）」を提供する。

【0017】

【発明の実施の形態】本発明者は、「水の窓」波長領域（2.33nm～4.37nm）よりも長波長側の近傍X線領域において水のX線吸収係数が大きく、また波長2.33 nmよりも短波長側の近傍X線領域においてもX線吸収係数が比較的大きいことに注目し、この水のX線吸収特性を活用できるように構成することにより本発明（X線用フィルタ及びX線顕微鏡）をなすに至った。

【0018】即ち、本発明のX線用フィルタは、複数のX線透過窓を備え、該複数のX線透過窓間に水が充填されてなる（請求項1）。本発明のX線用フィルタの一例を図1に示す。図1のX線用フィルタFは、X線透過窓（0.05 μm厚の窒化珪素薄膜）12を備えた二つの部材（シリコン基板）13、13'と、該部材間に挟持されるスペーサSと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水11と、該水を封止する部材（容器本体14、容器の蓋15、3本のOリング16、4本のネジ17）を有する。

【0019】前記チタン箔フィルタ（X線源からの不要な可視光、紫外光、長波長X線及び短波長X線を除去するためのフィルタの一例）を透過したX線をX線用フィルタFに照射すると、X線は2枚のX線透過窓12と水の層（3 μm厚）11を通過することにより、図4のスペクトルS3を示すようになる（波長4.37 nm以上のX線成分が殆ど除去される）。

【0020】即ち、図4において、スペクトルS2、S3における波長4.37 nm以上のX線成分がスペクトル全体に占める割合は、それぞれ13.4%および3.4%であり、スペクトルS3では、波長4.37 nm以上のX線成分が殆ど除去されていることが判る。また、本発明のX線用フィルタは、波長2.33 nmよりも短波長側の近傍領域においてもX線吸収係数が比較的大きく、かかる近傍領域

域のX線成分を除去するフィルターとしても使用できる（図5参照）。

【0021】従って、本発明のX線用フィルタは、水の窓波長領域近傍のX線、特に長波長側のX線を十分に除去することができる。本発明のX線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、を有することが好ましい（請求項2）。

【0022】かかる構成にすることにより、スペーサの高さに応じて、X線が通過する水の層厚さを変化させ、フィルタ特性の調整が可能となる。本発明のX線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、該水を封止する部材と、を有することが好ましい（請求項3）。

【0023】かかる構成にすることにより、前記フィルタ特性の調整が可能となる他に、水もれを阻止して、X線フィルターが配置される真空雰囲気の水もれによる真空度低下を防止することができる。次に、本発明のX線顕微鏡は、少なくとも、X線源と、X線源からの不要な可視光、紫外光、長波長X線及び短波長X線を除去するためのフィルタと、該フィルタを透過したX線を試料に照射するための照明光学系と、試料を保持する試料容器と、試料を透過したX線を所定位置に結像させる結像光学系と、該所定位置に配置されてなるX線検出系と、を有するX線顕微鏡であり、前記光学系の光学素子としてウォルタ鏡または斜入射鏡が使用され、かつ前記X線源と前記試料の間に、複数のX線透過窓を備え、該複数のX線透過窓間に水が充填されてなるX線用フィルタが配置されている（請求項4）。

【0024】即ち、本発明のX線顕微鏡には、複数のX線透過窓を備え、該複数のX線透過窓間に水が充填されてなるX線用フィルタと、ウォルタ鏡（または斜入射鏡）が設けられている。そのため、本発明のX線顕微鏡は、「開口数が大きく、また反射に波長依存性がほとんどないため、入射X線の利用効率が高く、短時間での撮像が可能である」というウォルタ鏡が有する利点を生かしつつ、「水の窓」波長領域近傍のX線、特に長波長側のX線が生体試料に照射されることに伴う前記問題点

（コントラスト低下、遊離基酸素による試料の変性）を解決することができる。

【0025】本発明のX線顕微鏡においても、X線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、を有することが好ましい（請求項5）。かかる構成にすることにより、スペーサの高さに応じて、X線が通過する水の層厚さを変化させ、フィルタ特性の調整が可能となる。

【0026】本発明のX線顕微鏡においても、X線用フィルタは、少なくとも、X線透過窓を備えた複数の部材

と、該部材間に挟持されるスペーサと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水と、該水を封止する部材と、を有することが好ましい（請求項6）。かかる構成にすることにより、前記フィルタ特性の調整が可能となる他に、水もれを阻止して、X線フィルターが配置される真空雰囲気の水もれによる真空度低下を防止することができる。

【0027】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。

【0028】

【実施例1】図1は、本実施例のX線用フィルタFを示す概略断面図である。前述したように、図1のX線用フィルタFは、X線透過窓（0.05 $\mu$ m厚の窒化珪素薄膜）12を備えた二つの部材（シリコン基板）13、13'と、該部材間に挟持されるスペーサSと、該スペーサ及び部材間に充填されてなる水11と、該水を封止する部材（容器本体14、容器の蓋15、3本のOリング16、4本のネジ17）を有する。

【0029】即ち、本実施例のX線用フィルタFは、2枚のシリコン基板13上に形成したX線透過膜（0.05 $\mu$ m厚の窒化珪素薄膜）12及び基板間に挟持されるスペーサSにより水の層11を挟み、これを水が漏れ出ないように容器本体14と容器の蓋15の間に納め、3本のOリング16と4本のネジ17で密閉している。チタン箔フィルタ（X線源からの不要な可視光、紫外光、長波長X線及び短波長X線を除去するためのフィルタの一例）を透過したX線をX線用フィルタFに照射すると、X線は2枚のX線透過窓12と水の層（3 $\mu$ m厚）11を通過することにより、図4のスペクトルS3を示すようになり、波長4.37nm以上のX線成分が殆ど除去される。

【0030】なお、本実施例のX線用フィルタFにおいて、スペーサSの厚さをかえて、それぞれ配置することにより、水の層の厚さを種々に変えたときのX線透過率のグラフを図5に示す。1 $\mu$ m厚では4.37nm以上の切れが悪く、10 $\mu$ m厚では水の窓領域のX線の通りが悪い。結局、3～5 $\mu$ m程度の厚さの水の層を用いるのが適切であることが判る。

【0031】また、本実施例のX線用フィルタは、波長2.33nmよりも短波長の近傍領域においてもX線吸収係数が比較的大きく、かかる近傍領域のX線成分を除去するフィルターとしても使用できる（図5参照）。従って、本実施例のX線用フィルタは、水の窓波長領域以外のX線、特に長波長側のX線を十分に除去することができる。

【0032】図2は、X線源21と、X線源からの不要な可視光、紫外光、長波長X線及び短波長X線を除去するためのフィルタ22と、該フィルタ22を透過したX線を試料に照射するための照明光学系23と、試料を保

持する試料容器25と、試料を透過したX線を所定位置に結像させる結像光学系26と、該所定位置に配置されてなるX線検出系27と、を有するX線顕微鏡の概略構成図である。

【0033】このX線顕微鏡では、前記光学系の光学素子としてウォルタ鏡23、26が使用され、かつ前記X線源21と前記試料の間に、本実施例のX線用フィルタ24が配置されている。このX線顕微鏡には、本実施例のX線用フィルタ24と、ウォルタ鏡23、26が設けられているので、「開口数が大きく、また反射に波長依存性がほとんどないため、入射X線の利用効率が高く、短時間での撮像が可能である」というウォルタ鏡23、26が有する利点を生かしつつ、「水の窓」波長領域近傍のX線、特に長波長側のX線が生体試料に照射されることに伴う前記問題点（コントラスト低下、遊離基酸素による試料の変性）を解決することができる。

【0034】

【発明の効果】以上、説明したように、本発明のX線用フィルタは、「水の窓」波長領域近傍のX線、特に長波長側のX線を十分に除去することができる。また、本発明のX線顕微鏡は、「開口数が大きく、また反射に波長依存性がほとんどないため、入射X線の利用効率が高く、短時間での撮像が可能である」というウォルタ鏡が有する利点を生かしつつ、「水の窓」波長領域近傍のX線、特に長波長側のX線が生体試料に照射されることに伴う前記問題点（コントラスト低下、遊離基酸素による試料の変性）を解決することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】は、実施例のX線用フィルタFを示す概略断面図である。

【図2】は、実施例のX線用フィルタを備えたX線顕微鏡の概略構成図である。

【図3】は、水及び蛋白質のX線吸収特性を示すデータ図である。

【図4】は、種々のフィルタを通過した後の各X線スペクルを示すデータ図である。

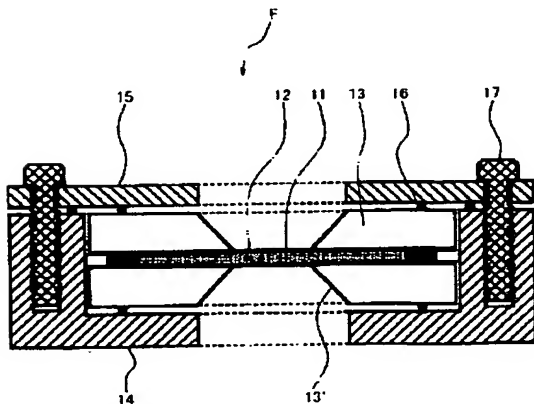
【図5】は、実施例のX線用フィルタにおいて、異なる水の層厚における各X線透過率を示すデータ図である。

【図6】は、従来のX線顕微鏡（一例）の概略構成図である。

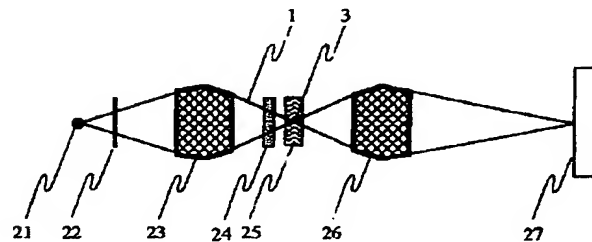
【符号の説明】

- 1 試料容器に入射するX線
  - 2 試料に入射するX線（従来の場合）
  - 3 試料に入射するX線（本発明のフィルタ使用の場合）
  - 11 水の層
  - 12 X線透過窓
  - 13 X線透過窓付きシリコン基板（X線透過窓を備えた部材の一例）
  - 14 容器本体（水を封止する部材の一例）
  - 15 容器の蓋（水を封止する部材の一例）
  - 16 Oリング（水を封止する部材の一例）
  - 17 ネジ（水を封止する部材の一例）
  - 24 本発明のフィルタの一例
  - 21、61 レーザプラズマX線源
  - 22、62 チタン箔フィルタ（従来フィルタの一例）
  - 23、63 集光（照明）用ウォルタ鏡（照明光学系の光学素子の一例）
  - 25、65 試料容器
  - 25、65 対物（結像）用ウォルタ鏡（結像光学系の光学素子の一例）
  - 26、66 撮像器（X線検出系の一例）
- 以上

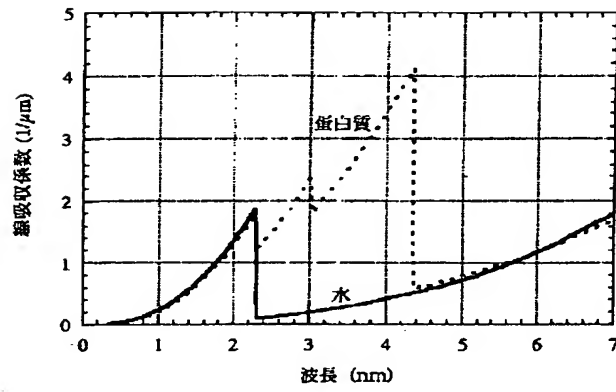
【図1】



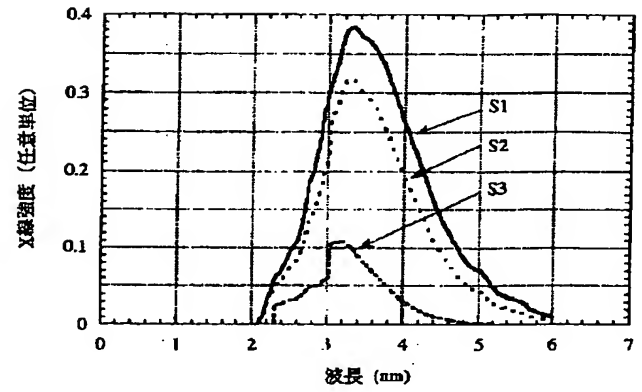
【図2】



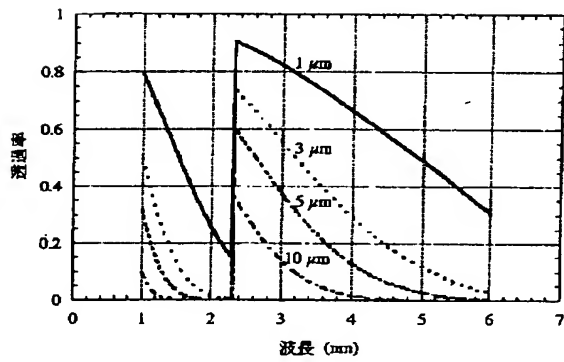
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

